

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM  
21. FEBRUAR 1957

DEUTSCHES PATENTAMT

# PATENTSCHRIFT

Nr. 958 558

KLASSE 12 e GRUPPE 22

INTERNAT. KLASSE C 07 c

F 12191 IV b / 120

---

Dr. Heinz Wollthan, Webster Groves, Mo. (V. St. A.)  
ist als Erfinder genannt worden

---

Farbenfabriken Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen-Bayerwerk

---

## Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten

Zusatz zum Patent 952 086

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 27. Juni 1953 an

Das Hauptpatent hat angefangen am 8. Mai 1953

Patentanmeldung bekanntgemacht am 14. Juni 1956

Patenterteilung bekanntgemacht am 31. Januar 1957

---

Gegenstand des Patents 952 086 ist ein Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten aus primären Aminen bzw. deren Salzen und Phosgen, das darin besteht, die Reaktionspartner nach erfolgter Vorphosgenierung zur Heißphosgenierung in Gegenwart eines Lösungsbzw. Verdünnungsmittels von unten her durch aufrecht stehende beheizte Türme zu leiten. Unter »Vorphosgenierung« wird die erste Stufe des Phosgenierungsverfahrens verstanden (vgl. W. Sieffken, Liebigs Annalen der Chemie, Bd. 562 [1949], S. 96), in der das als Ausgangsmaterial dienende Amin mit Phosgen in Gegenwart eines inerten Lösungsmittels zu Caibaminsäurechlorid und Chlorhydrat reagiert. Nach dem Verfahren des Hauptpatents 952 086 wird das Reaktionsgemisch nach dem Passieren des Reaktionsturmes gegebenenfalls zur Vervollständigung der Reaktion unter Zusatz von weiterem Phosgen in einen zweiten nachgeschalteten Reaktionsturm eingeführt. Ferner wird ein Teil des Lösungsmittels im Kreislauf geführt, indem das aus den Reaktionstürmen mit den Abgasen entweichende gasförmige Lösungsmittel gemeinsam mit geringen Mengen des gebildeten Isocyanates in geeigneten Kühlnen kondensiert und das Kondensat den Türmen unten wieder zugeführt. Bei weiterer Bearbeitung des dem Hauptpatent zugrunde liegenden Erfindungsgedankens wurde nunmehr gefunden, daß man verschiedene Vorteile erzielen kann, wenn man das aus den Kühlnen fließende Kondensat nicht dem unteren Ende der Reaktionstürme, sondern der vorhin definierten Vorphosgenierung zuführt. Durch diese Maßnahme, die den Gegenstand der vorliegenden Erfindung bildet, erreicht man einmal eine Verdünnung des Reaktionsproduktes der Vorphosgenierung und andererseits eine wesentliche Erhöhung der Ausbeute an Endprodukt. Die Verdünnung des Reaktionsproduktes der Vorphosgenierung bringt den Vorteil mit sich, daß man an Stelle eines Breies eine sehr dünnflüssige Suspension verarbeiten kann, die leicht rührbar und pumpfähig ist und mittels der üblichen Meßvorrichtungen gemessen werden kann. Die Erhöhung der Ausbeute ist in wirtschaftlicher Hinsicht erwünscht und absolut überraschend, da das gemäß der Erfindung in die Vorphosgenierung gelangende Kondensat bestimmte Mengen an Isocyanat enthält, die abhängig sind vom Siedepunkt des betreffenden Isocyanates. Von diesen war zu befürchten, daß sie mit dem Ausgangsmaterial Nebenprodukte bilden, was gleichbedeutend ist mit einem Ausbeuteverlust. Zugunsten des neuen Verfahrens spricht auch die

Tatsache, daß es eine Erhöhung der Reaktionsgeschwindigkeit ermöglicht, da in der Zeiteinheit größere Substanzmengen durchgesetzt werden können. 55

Schließlich tritt noch insofern ein weiterer erwünschter Effekt ein, als das Kondensat in Abhängigkeit von seiner Temperatur Phosgen aus den Abgasen der Reaktionstürme herauslöst und der Vorphosgenierung wieder zuführt. Damit können beträchtliche Mengen Phosgen auf einfache und billige Weise zurückgewonnen und wieder zum Einsatz gebracht werden. Die Kondensatmengen können z. B. durch stärkere oder schwächere Heizung der Reaktionstürme variiert werden. 60 65

#### Beispiel

In dem Vorphosgeniererkessel 1a (s. Zeichnung) wird bei 0° ein Gemisch aus 73,5 kg Toluylen-diamin, 160 kg Phosgen und 260 kg o-Dichlorbenzol stündlich hergestellt und mit der Pumpe 1b über den Vorwärmer 1c dem Reaktionsturm 2 zugeführt. Im Vorwärmer wird das Gemisch auf etwa 30° erwärmt. Der Reaktionsturm wird so beheizt, daß das Gemisch den Turm mit etwa 160° verläßt. Von hier aus läuft das Reaktionsgemisch durch den Turm 3, den es mit etwa 175° verläßt. In diesem Turm wird die Reaktion durch Einleiten von 30 kg gasförmigem Phosgen pro Stunde zu Ende geführt. Der während der Reaktion entstehende Chlorwasserstoff sowie das verdampfende überschüssige Phosgen nehmen etwa 1200 kg o-Dichlorbenzol und eine bestimmte Menge des gebildeten Diisocyanates mit, die in den Kühlnen 4 und 5 kondensiert und über einen mit Sole betriebenen Kühler 6 in den Vorphosgenierer zurückgeführt werden. Der Anteil des Diisocyanates in o-Dichlorbenzol beträgt bei diesen Bedingungen etwa 2%, d. h. es werden 24 kg Diisocyanat im Kreislauf gefahren. Die am oberen Ende des Turmes 3 austretende Reaktionslösung wird nach der Entfernung des restlichen Phosgens durch Ausblasen mit Stickstoff destillativ aufgearbeitet. Die Ausbeute an Toluylen-diisocyanat beträgt etwa 90% der Theorie. 70 75 80 85 90 95

#### PATENTANSPRUCH:

Abänderung des Verfahrens zur Herstellung von Isocyanaten aus primären Aminen bzw. deren Salzen und Phosgen gemäß Patent 952 086, dadurch gekennzeichnet, daß das im Kreislauf geführte Lösungsmittel nicht den unteren Enden der Reaktionstürme, sondern der Vorphosgenierung zugeleitet wird. 100 105

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

Zu der Patentschrift 958 558  
Kl. 12 o Gr. 22  
Internat. Kl. C 07 c —

